

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-105568

(P2002-105568A)

(43) 公開日 平成14年4月10日 (2002.4.10)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 2 2 C 21/00		C 2 2 C 21/00	L
21/06		21/06	
C 2 2 F 1/04		C 2 2 F 1/04	C
// C 2 2 F 1/00	6 0 4	1/00	6 0 4
	6 2 3		6 2 3

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-299348 (P2000-299348)

(22) 出願日 平成12年9月29日 (2000.9.29)

(出願人による申告) 国等の委託研究の成果に係る特許出願 (平成11年度通産省・新エネルギー・産業技術総合開発機構によるスーパーメタルの委託研究成果について産業再生法第30条の適用を受けるもの)

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(71) 出願人 000107538

スカイアルミニウム株式会社

東京都墨田区錦糸一丁目2番1号

(71) 出願人 000002277

住友軽金属工業株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(74) 代理人 100071663

弁理士 福田 保夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微細結晶により強化されたAl-Mn-Mg系合金焼鈍板およびその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 耐食性に優れるAl-Mn-Mg合金において、種々の用途の素材として有用な0.6mm以上の板厚の全領域で微細結晶粒を有し、これにより強度と延性のバランスに優れた焼鈍板を得る。

【解決手段】 Mn 2.1~2.9%およびMg 0.8~2.9%、必要によりCu 0.05~0.5%を含み、不純物のFeを0.3%未満およびSiを0.3%未満とし、残部アルミニウムおよび不可避不純物とからなる板厚0.6mm以上のAl-Mn-Mg合金の焼鈍板であって、Mn固溶量が0.4%未満で、マトリックス中に円相当径0.5~1μmの大きさのMnを含む金属間化合物粒子が $1 \times 10^5$  個/mm<sup>2</sup> 以上分散しており、板厚全体が平均結晶粒径5μm未満の微細結晶組織からなる。所定の化学組成の合金に特定条件での連続 casting、均質化析出処理、冷間圧延、急速加熱焼鈍を施すことにより製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Mn 2.1～2.9% (mass%、以下同じ) および Mg 0.8～2.9% を含み、不純物の Fe を 0.3% 未満および Si を 0.3% 未満とし、残部アルミニウムおよび不可避不純物とからなる板厚 0.6 mm 以上の Al-Mn-Mg 系合金の焼鈍板であって、Mn 固溶量が 0.4% 未満で、マトリックス中に円相当径 0.5～1 μm の大きさの Mn を含む金属間化合物粒子が  $1 \times 10^5$  個/mm<sup>2</sup> 以上分散しており、板厚全体が平均結晶粒径 5 μm 未満の微細結晶組織からなることを特徴とする微細結晶により強化された以上の Al-Mn-Mg 系合金焼鈍板。

【請求項2】 前記 Al-Mn-Mg 系合金に、さらに Cu 0.05～0.5% を含むことを特徴とする請求項1に記載の微細結晶により強化された Al-Mn-Mg 系合金焼鈍板。

【請求項3】 請求項1あるいは請求項2に記載の化学組成を有するアルミニウム合金を、凝固時冷却速度 150～800℃/秒で板状に連続鋳造し、480～580℃にて2～30h保持する条件で均質化析出処理を施した後、圧下率80%以上の冷間圧延を加えて板厚0.6 mm以上とし、5℃/秒以上の昇温速度で290～420℃まで加熱し、直ちにあるいは600秒までの保持のち冷却する焼鈍を行うことを特徴とする微細結晶により強化された Al-Mn-Mg 系合金焼鈍板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は微細結晶により強化された Al-Mn-Mg 系合金焼鈍板およびその製造方法に関するものであり、得られた板は 5 μm 未満の結晶粒径を持ち強度と延性のバランスに優れ、自動車用成形部品や、電子機器筐体等の素材として有用なものとなる。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、3004 合金 (1.0～1.5% Mn-0.8～1.3%Mg) に代表される Al-Mn-Mg 合金は、成形加工性や耐食性等に優れることから多く用いられてきた。しかし、Al-Mn-Mg 合金の焼鈍材 (O 材) は、機械的強度が十分に高いとは言えず、自ずと使用される範囲の制限がある。

【0003】 Al-Mn-Mg 合金において成形加工性や耐食性等の利点を損なわずに、より高強度化が可能となれば、自動車用成形部品や、電子機器筐体等としてさらに有用な材料となる。特に、板厚が 0.6～1.5 mm 程度のものが、これらの用途向けの素材として重要である。強度向上により、用途によっては Al-高 Mg 系の合金を代替することが考えられ、これが可能となれば Al-高 Mg 系の合金の弱点である耐 SCC 性の点でもすぐれた特性が期待できる。

【0004】 多結晶の金属材料において、結晶粒微細化により強度向上が可能なのは良く知られるところであり、この微細結晶による強化方法は、他の強化方法、例えば加工硬化や析出強化で見られるような延性、成形性あるいは耐食性の低下を伴わないことが特徴である。結晶粒微細化により強度を向上させた Al-Mn-Mg 系合金材の製造技術として、特開2000-80543号公報に、Mg: 0.2～2.0%、Mn: 0.3～1.5%、Cu: 0.05～0.4%、Ti: 0.001～0.1% を含有し、残部が Al および不可避不純物からなるアルミニウム合金を冷却速度 180℃/秒以上で鋳造し、得られたインゴットを保持温度 500～580℃、保持時間 8～24 時間で均質化処理し、これを圧下率 90% 以上で冷間圧延し、さらに昇温速度 10～250℃/秒、焼鈍温度 350～450℃、保持時間 5～60 秒、冷却速度 20～200℃/秒で最終焼鈍することにより、結晶粒径が小さくて強度、成形性ともに優れたアルミニウム合金箔を得ることが開示されている。

【0005】 さらに具体的には、最終焼鈍工程後の結晶粒の最大寸法が、実質的に 8 μm 以下であることが規定され、最終焼鈍前の不溶性金属間化合物の最大寸法が実質的に 4 μm 以下で、寸法が 0.4～4 μm 範囲にある不溶性金属間化合物の分布密度が 35000 個/mm<sup>2</sup> 以上であることが規定されている。この先願特許は、JIS で厚さの上限が 0.2 mm と規定されている箔を対象としており、このような薄厚まで圧延することは結晶粒微細化には有利に働く。これは、冷間圧延時に圧延表面から導入される歪、特に剪断歪が後の焼鈍時に表面近傍の結晶粒微細化をもたらすが、箔やおよそ 0.5 mm 以下の薄い板では、この表面の影響域がほぼ材料板厚全領域をカバーするためである。

【0006】 これに対し、板厚 0.6 mm 以上の材料では、板厚方向での結晶粒径に差違が生じる問題が生じやすく、上記のような従来技術の援用では均一な微細結晶組織を実現し、それにより、優れた特性を持つ Al-Mn-Mg 合金を得ることは困難であった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、前記したように、元来、耐食性に優れる Al-Mn-Mg 合金において、自動車用成形部品や、電子機器筐体等種々の用途の素材として有用な 0.6 mm 以上の板厚で、板厚の全領域で微細結晶粒を有し、この微細結晶粒強化により強度と延性のバランスに優れた焼鈍板を得ることを技術的課題とするものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、特に主に Al と Mn とからなる析出物の分布状態を制御することにより、0.6 mm 以上の板厚の Al-Mn-Mg 合金においても、板厚全体に均一な微細結晶組織を持たせることが可能であることを見出し、これにより強度と延性

のバランスに優れ耐食性にも優れる材料が得られることから本発明に至った。

【0009】すなわち請求項1記載の微細結晶により強化されたAl-Mn-Mg系合金焼鈍板は、Mn 2.1~2.9%およびMg 0.8~2.9%を含み、不純物のFeを0.3%未満およびSiを0.3%未満とし、残部アルミニウムおよび不可避不純物とからなる板厚0.6mm以上のAl-Mn-Mg系合金の焼鈍板であって、Mn固溶量が0.4%未満で、マトリックス中に円相当径0.5~1 $\mu$ mの大きさのMnを含む金属間化合物粒子が $1 \times 10^5$  個/mm<sup>2</sup>以上分散しており、板厚全体が平均結晶粒径5 $\mu$ m未満の微細結晶組織からなることを特徴とする。

【0010】請求項2記載の微細結晶により強化されたAl-Mn-Mg系合金焼鈍板は、請求項1において、前記Al-Mn-Mg系合金が、さらにCu 0.05~0.5%を含むことを特徴とする。

【0011】請求項3記載の微細結晶により強化されたAl-Mn-Mg系合金焼鈍板の製造方法は、上記化学組成を有するアルミニウム合金を、凝固時冷却速度150~800℃/秒で板状に連続铸造し、480~580℃にて2~30h保持する条件で均質化析出処理を施した後、圧下率80%以上の冷間圧延を加えて板厚0.6mm以上とし、5℃/秒以上の昇温速度で290~420℃まで加熱し、直ちにあるいは600秒までの保持のち冷却する焼鈍を行うことを特徴とする。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明内容について詳細に説明する。

（合金組成）

Mn : Mnは本発明合金中で析出物して金属間化合物粒子を形成し、均一な結晶粒微細化と強度向上に寄与する主添加元素であり、2.1~2.9%添加される。ここで言う金属間化合物粒子は主にAl<sub>6</sub>Mnである。Mn添加量が2.1%未満であると、金属間化合物粒子の分布密度が小さくなるため、十分に結晶粒微細化されず結晶粒径の均一性が損なわれ、機械的強度等の特性も十分に向上できない。Mnが2.9%を超えて添加されると、铸造時に健全な板状铸塊が得られないか、Mnを含む粗大晶出物の形成が抑えられず結果として均一で微細な結晶粒組織が得られないので不適当である。

【0013】Mg : Mgは0.8~2.9%添加されるよう規定されている。MgはAl-Mn-Mg合金の固溶強化に寄与すると共に、圧延加工時の歪蓄積と変形帯の形成を促進して不連続再結晶による均一な微細結晶組織の形成に寄与する。そこで、Mgが0.8%未満であると、機械的強度の向上が十分達成されず、また結晶粒の均一性が不十分となる。Mgが1.9%を超えて添加されると、铸造時に割れや粗大晶出物の形成が抑えられず、健全な板状铸塊が得られないため不適当である。ま

た、一般に（引張強さ-耐力）値が大きいほど成形性の点で有利となるが、Mgは加工硬化能を上げて（引張強さ-耐力）値を向上する。この効果を十分に働かせるためには、Mgは1.5%を超えて添加されることが望ましい。

【0014】Cu : CuはMgとともに強度向上に寄与する添加元素であり、0.05~0.5%添加することが請求項2に記述されている。0.05%未満では特段の効果が無く、0.5%以上添加すると、铸造時に粗大な晶出物が生じやすく、結果として組織の均一性を損なうので不適当である。

【0015】Fe、Si : 両者ともアルミニウム合金中の不可避の不純物元素であるが、各々0.3%未満に制御する必要がある。これらが、0.3%以上含有されると铸造時に粗大な晶出物が生じ、結果として均一で微細な結晶粒組織が得られないので不適当である。この点で、Fe、Siとも各々0.15%未満に制御することがさらに望ましい。

【0016】その他の成分 : アルミニウム合金の铸造で一般的に用いられる微細化剤を用いることは差し支えなく、このための元素としてTi 0.1%以下、B 0.03%以下を含んでもよい。上記化学成分の残部は、アルミニウムと他の不可避の不純物からなるものとする。

【0017】〈固溶Mn量〉 本発明のAl-Mn-Mg合金板中の固溶Mn量は0.4%未満に制御される。固溶Mn量が0.4%より高いことは焼鈍時にも多くの固溶Mnが存在することになる。このことにより、再結晶の過度の遅滞が起り、未再結晶組織となるか一部で粗大結晶粒が形成されるため不適当である。また、固溶Mn量が多いことは、結晶粒微細化に効果の有るMnを含む金属間化合物の量が減ることに繋がる。よって、固溶Mn量は0.4%未満に制御するが、0.2%以下がさらに望ましい。この固溶Mn量は、フェノール抽出分析法にて測定されるものとする。

【0018】〈金属間化合物粒子〉 本発明のAl-Mn-Mg合金板の結晶粒を微細にし、優れた特性を付与するために、Mnを含む金属間化合物の分布の制御が重要である。そこで、本発明者等は、特に円相当径0.5~1.0 $\mu$ mの範囲大きさの粒子が密に分布する場合に、結晶粒微細化が達成されることを見出した。この金属間化合物は、主に均質化析出処理時に形成された析出物Al<sub>6</sub>Mnである。これらの粒径範囲の粒子は、周囲が再結晶粒の形成位置（再結晶核サイト）となることと、効率的に結晶粒粗大化を抑える作用の両方に対して有効であり、このことが微細結晶組織の成因と考えられる。

【0019】具体的には、円相当径0.5~1.0 $\mu$ mの大きさのMnを含む金属間化合物粒子が $1 \times 10^5$  個/mm<sup>2</sup>以上分散していることが必要で、これより低い分散密度であると結晶粒微細化が十分に達成されない。

この金属間化合物粒子の分散状態の規定は便宜上、焼鈍材の組織中のものとしているが、このことにより実質的に焼鈍時の金属間化合物分布を制御していることになる。金属間化合物粒子の分散密度は、倍率5000倍程度のSEMおよび画像解析装置を使用して測定するのが適当である。なお、後述するように板厚全領域において微細な結晶粒を得るのが本発明の特徴であるので、この金属間化合物の分布状態の規制も板厚全領域の領域で満たす必要がある。

【0020】金属間化合物粒子で特に微細なもの、例えば0.2μm以下の径の粒子が特に多いと、回復および再結晶を過度に遅滞させ、未再結晶組織となるか、あるいは局部的に粗大結晶粒が形成される原因となるため望ましくない。本発明の組成範囲合金では、前記の0.5~1.0μm範囲の粒子分布の規定を満たすよう制御すれば、自ずと実質的に0.2μm以下の粒子が悪影響を及ぼさない量となるよう制限されることとなる。また、粗大な金属間化合物粒子が存在すると、局部的な粗大結晶粒の形成および不均一組織につながるため望ましくない。そこで、実質的に6μm以上の粗大金属間化合物粒子が存在しないことが望ましい。

【0021】〈結晶組織〉 本発明のAl-Mn-Mg合金焼鈍板は、0.6mm以上の板厚全領域において、平均結晶粒径5μm未満の微細結晶組織を持つものとする。平均結晶粒径が5μm以上であると、十分な強度向上が達成されない。平均結晶粒径は3.5μm未満とすれば、さらに望ましい。特性のばらつきの少ない材料とするため、0.6mm以上の板厚全領域で均一な微細結晶組織を持つことが重要で、具体的には圧延方向断面において表面近傍（便宜上、表面から板厚1/4までの部分とする）の領域と、板厚中心（便宜上、板厚の3/8~5/8の部分とする）の領域の双方で平均結晶粒径5μm未満であることが必要で、両領域での平均結晶粒径の差が0.7μm以内であることが望ましい。正確な平均結晶粒径を求めるため、おのおの領域で境界部2カ所（「表面近傍」領域であれば、表面を含んで領域の内側と板厚1/4の箇所を含んで領域の内側。「板厚中心」領域であれば、板厚の3/8の箇所を含んで領域の内側と5/8の箇所を含んで領域の内側）と、その領域内の中央部を含む3カ所以上で測定し、その平均値をそれぞれの領域の平均結晶粒径とする。

【0022】平均結晶粒径は、圧延方向縦断面においてSEM-EBS（Electron Back Scatter diffraction Pattern）装置により測定するのが適当である。この測定方法としては、SEM倍率は2000倍、EBSの1視野内での測定ポイント間隔は0.3μmとし、15°以上の傾角の粒界で囲まれた4ポイント以上の大きさのものを結晶粒とみなしその結晶粒数と測定面積とから円相当径を求めることが適当である。

【0023】〈製造方法〉 以下に、本発明のAl-M

n-Mg合金の製造工程について説明する。

鑄造方法：凝固時冷却速度150~800℃/秒で板状に連続鑄造する。ここで、凝固時冷却速度が150℃/秒未満であると、粗大な晶出物が形成されるため結果として均質な微細結晶組織を得ることを阻害するため不適当である。また、冷却速度800℃/秒以上とするには、極端に鑄造板厚を薄くするか鑄造速度を上げる必要があり、本願発明の対象の0.6mm以上の最終板厚を有する圧延用素材として健全な鑄造板が得られない。鑄造方法としては、双ロールキャスターを利用するのが適当である。

【0024】均質化析出処理：均質化析出処理は、均一で適正な金属間化合物粒子分布を得るために必要な処理で、480~580℃にて2~30h保持する条件で行うものとする。この均質化析出処理は鑄造後に行うか、鑄造後に圧下率50%までの熱間、温間あるいは冷間圧延を加えた後に実施しても構わない。規定範囲より均質化析出処理温度が低い場合時間が短い場合、析出および析出物の成長が十分に進まず適切な金属間化合物分布が得られないため不適当である。また、この範囲より均質化析出処理温度が高い場合時間が長い場合、析出物の過度な粗大化が起こり、この場合も適切な金属間化合物分布が得られないため不適当である。

【0025】熱間圧延：均質化析出処理と冷間圧延との間に、熱間圧延を施しても良いが必須の工程ではない。

【0026】冷間圧延：均質化析出処理後、圧下率80%以上の冷間圧延を加え、材料を0.6mm以上の最終使用板厚とする。この冷間圧延では、目的の板厚を得ることの他に、加工歪の蓄積、加工組織の均一化および再結晶核サイトの増大をはかることが重要で、これらによって最終的な微細結晶組織の達成につながる。圧下率80%未満では、加工歪の蓄積および組織の均一化が不十分で均一な微細結晶組織が得られないため不適当である。なお、圧下率の上限は定めないが、目的とする最終板厚を得るためには、圧下率95%程度までが現実的に使用できる範囲と言える。

【0027】焼鈍：焼鈍は5℃/秒以上の昇温速度で290~420℃まで加熱し、直ちにあるいは600秒までの保持ののち冷却する焼鈍を行うこととする。昇温は5℃/秒以上の急速加熱で行うが、これは蓄積された加工歪を駆動力として遅滞無く再結晶を起こさせ微細結晶組織を得るために必要な条件である。規定の焼鈍温度範囲より低い温度は、回復・再結晶が不十分となるため不適当であり、逆に高い場合は結晶粒の粗大化が起こるため不適当である。焼鈍の保持時間を600秒以上とすることは、結晶粒粗大化の恐れがあるため不適当である。焼鈍の冷却も5℃/秒以上で行うことが望ましい。なお、この焼鈍は、小規模には塩浴炉などで行うことができるが、量産に適した形態としては連続焼鈍ライン（CAL）を用いてコイルを連続処理することが可能であ

る。

【0028】以下、本発明の実施例を比較例と対比して説明する。

【実施例】表1に示す化学組成範囲の合金を、表2に示す製造工程・条件で処理して、板厚0.7mmあるいは1.2mmの焼鈍板を作製した。表1の化学組成範囲(1)～(4)と表2の製造工程・条件A～Dとを組み合わせた本発明例(実施例)1～8のAl-Mn-Mg合金焼鈍板と、化学組成範囲と製造工程・条件の何れかまたは両方がこれらから外れる比較例1～14について材料特性他の測定値を表3に示す。なお、固溶Mn量、金属間化合物粒子分布、平均結晶粒径の測定は前述の方法で行った。

【0029】

【表1】

合金の化学組成 (全てmass%)								
合金	Mn	Mg	Cu	Fe	Si	Ti	Cr	B
(1)	2.51	1.07	Tr.	0.13	0.08	0.01	Tr.	0.001
(2)	2.22	1.92	Tr.	0.10	0.08	0.01	Tr.	0.002
(3)	2.45	2.48	Tr.	0.07	0.08	0.01	Tr.	0.002
(4)	2.60	1.02	0.21	0.11	0.09	0.01	Tr.	0.002
(5)	1.25	1.10	Tr.	0.12	0.08	0.01	Tr.	0.001
(6)	1.72	1.17	Tr.	0.12	0.10	0.01	Tr.	0.001
(7)	3.29	1.90	Tr.	0.13	0.10	0.01	Tr.	0.001
(8)	2.38	0.20	Tr.	0.13	0.09	0.01	Tr.	0.001
(9)	2.38	3.22	Tr.	0.12	0.09	0.01	Tr.	0.001
(10)	2.38	1.85	0.86	0.13	0.09	0.01	Tr.	0.001
(11)	2.37	1.98	Tr.	0.37	0.33	0.01	Tr.	0.001
(12)	1.12	0.87	0.22	0.42	0.22	0.01	Tr.	0.001
(13)	0.70	4.62	Tr.	0.20	0.16	0.01	0.12	0.001

【0030】

【表2】

製造工程・条件		工程
A	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
B	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(520℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度19.5℃/秒、到達温度400℃、保持30秒)	
C	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(560℃×5時間)→冷間圧延(83%、板厚1.2mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
D	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→冷間圧延(37%、板厚4.4mm)→均質化析出処理(510℃×5時間)→冷間圧延(84%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
E	DC鋳造(冷却速度<5℃/秒、スラブ厚70mm)	
F	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理無し→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
G	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(450℃×5時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
H	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(600℃×35時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
I	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→冷間圧延(67%、板厚2.3mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(70%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)	
J	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×5時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度16.0℃/秒、到達温度250℃、保持120秒)	
K	板連鋳造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度50℃/時間、到達温度470℃、保持2時間)	

注: 焼鈍の冷却はファンによる強制空冷。冷却速度10～20℃/秒。

【0031】

50 【表3】

		合金	工程	固溶Mn量 mass%	0.5~1.0 $\mu$ m の 金属間化合物 粒子分布 密度 $\times 10^5$ 個/mm <sup>2</sup>	平均結晶粒径 $\mu$ m		引張強さ MPa	耐力 MPa	伸び MPa	引張強さ— 耐力 MPa
						表面~1/4t	3/8t~5/8t				
発明例	1	(1)	A	0.19	1.4	2.9	3.0	220	134	21	86
	2	(2)	A	0.17	1.2	2.8	2.9	267	164	21	103
	3	(3)	A	0.16	1.4	2.7	2.7	293	180	21	113
	4	(4)	A	0.18	1.4	2.9	2.9	243	145	21	98
	5	(1)	B	0.19	1.2	3.1	3.1	220	132	21	88
	6	(1)	C	0.19	1.5	3.4	3.6	219	130	25	89
	7	(1)	D	0.22	1.2	3.4	3.4	219	130	21	89
	8	(3)	C	0.19	1.4	2.7	2.8	290	179	21	111
比較例	1	(5)	A	0.19	0.2	7.7	9.1	180	86	21	94
	2	(6)	A	0.20	0.5	6.9	8.2	193	101	22	92
	3	(7)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	4	(8)	A	0.20	1.4	3.1	3.7	164	129	26	35
	5	(9)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	6	(10)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	7	(11)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	8	(1)	E	DC鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	9	(1)	F	>1.0	<0.1	未再結晶組織					31
	10	(1)	G	0.21	0.3	未再結晶組織					35
	11	(1)	H	0.18	0.7	6.5	6.8	208	106	18	102
	12	(1)	I	0.18	1.4	6.4	6.6	209	108	20	101
	13	(1)	J	0.19	1.4	一部未再結晶					65
	14	(1)	K	0.19	1.4	5.6	5.8	209	110	17	99

【0032】発明例はいずれも、SEM-EBSPによる測定による圧延方向縦断面の結晶粒径が板厚全領域において5 $\mu$ m以下であり、しかも、表面近傍と板厚中心の両領域での平均結晶粒径の差が0.2 $\mu$ m以下と非常に小さくなっていて、均一な微細結晶組織が得られている。これにより21~25%の良好な伸びを有しながら、機械的強度が向上しており、強度と延性のバランスに優れた材料となっている。(引張強さ—耐力)の値は、発明例ではすべて80MPa以上となっており、Mg 1.5%を超える組成の実施例2、3、8では、100MPaを超えている。なお、表には示さないが発明例では何れも6 $\mu$ m以上の粗大金属間化合物粒子は存在し

なかった。

【0033】比較例1、2はMn添加量が低い場合の例であり、0.5~1 $\mu$ mの金属間化合物分布が規定より少ないため、結晶粒径が5 $\mu$ m未満の微細組織とはならず、表面と板厚中心付近での結晶粒径の差も大きい。これにより、耐力も低い値となっている。

【0034】比較例3は、Mn添加量が本発明範囲を超える例であるが、板連続鋳造時に数十 $\mu$ m以上の粗大な晶出物が形成されるため、均一な組織となりえない。比較例4は、Mg添加量が低い場合であり、引張強さが低く、(引張強さ—耐力)値が低くなっている。

【0035】比較例5、6、7はMg量、Cu量、F

e、Si量の多いもので、板連続铸造時にいずれも数十 $\mu\text{m}$ 以上の粗大な晶出物が形成されるため、均一な組織となりえない。比較例8は、本発明組成の合金(1)をDC铸造した場合であるが、これも铸造時の冷却速度が小さいため数十 $\mu\text{m}$ 以上の粗大な晶出物が形成される。よって、比較例3、5、6、7、8については後工程を行わなかった。

【0036】比較例9、10は均質化析出処理を行わないか低温の場合で、固溶Mn量が多く、0.5~1 $\mu\text{m}$ の金属間化合物分布が規定より少ないため、再結晶が抑えられた未再結晶組織で、O材となつてらず、伸びが低く、(引張強さ-耐力)も低い。なお、これらを、さらに高温で焼鈍すると、一部から粗大に圧延方向に伸びた結晶粒が生じ、いずれにしても微細結晶組織は得られない。比較例11は、高温で長時間の均質化析出処理を施した場合で、結晶粒径が微細にならず、その分、耐力が低くなっている。

【0037】比較例12は、冷間圧下率が小さい場合で、結晶粒径が微細にならず、耐力が低くなっている。比較例13は、焼鈍が低温の場合であり、一部が未再結晶の不均一な組織となり、伸びが低く、(引張強さ-耐力)が小さい。比較例14は、昇温速度が低いバッチ焼鈍で高温、長時間焼鈍した場合で結晶粒径が微細にならず、耐力が低くなっている。

【0038】

【表4】

従来合金の強度・伸び (板厚1.2mm)				
	合金	引張強さ MPa	耐力 MPa	伸び %
比較例15	(12)3004-O	182	73	20
比較例16	(13)5083-O	307	138	23

【0039】比較のため、表4に比較例15、16としてDC铸造法で量産された3004合金(表1、合金(12))および5083合金(表1、合金(13))の焼鈍板の特性を示す。表3の本発明例1~8のAl-Mn-Mg

合金は何れも焼鈍されたO材の状態で、通常用いられる3004合金より高い耐力を持つだけでなく、4.5%Mgを含むAl-Mg系の5083合金と同等か、これを超える耐力を持っていることがわかる。この点から5083合金のようなAl-高Mg系の合金を代替することが可能となり、その場合にはAl-高Mg系合金と比べ耐SCC性が格段に改善される。

【0040】

【表5】

SCC破断寿命		
	試験応力 MPa	SCC 破断寿命 分
実施例8	120	$3.8 \times 10^3$
	160	$3.5 \times 10^3$
比較例16	120	210
	160	90

【0041】表5には発明例8のAl-Mn-Mg合金と、比較例16の5083合金を電流付加引張式のSCC試験で比較した結果を示す。なお、この試験は、促進試験として1.2mm厚のO材を、30%冷間圧延し、120 $^{\circ}\text{C} \times 7$ 日の加熱でいわゆる増感処理を行い、25 $^{\circ}\text{C}$ の3.5%NaCl中で4mA/ $\text{cm}^2$ の電流を付加しながら変更部幅6mmの引張型試験片に所定引張応力を加えて破断時間を求めたものである。本発明例が比較例の5083合金と比べ、耐SCC性において格段に優れていることが明らかである。

【0042】

【発明の効果】以上のとおり、本発明は0.6mm以上の板厚のAl-Mn-Mg合金焼鈍板の板厚全体に5 $\mu\text{m}$ 未満の微細結晶組織を形成することを可能とし、この微細結晶による強化により、強度と延性のバランスに優れた材料となり、もともとの良好な耐食性と相まって、今まで使用が不可能だった自動車用成形部品や電子機器筐体等としての用途も拡大する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C22F 1/00

識別記号

630

681

691

692

694

FI

C22F 1/00

テーマコード(参考)

630A

630K

681

691B

691C

691A

692A

694A

(71)出願人 000004743  
日本軽金属株式会社  
東京都品川区東品川二丁目2番20号

(71)出願人 000005290  
古河電気工業株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(71)出願人 000176707  
三菱アルミニウム株式会社  
東京都港区芝2丁目3番3号

(72)発明者 鈴木 義和  
東京都墨田区錦糸1丁目2番1号 スカイ  
アルミニウム株式会社内

(72)発明者 村松 俊樹  
東京都墨田区錦糸1丁目2番1号 スカイ  
アルミニウム株式会社内

(72)発明者 橋本 長良  
東京都墨田区錦糸1丁目2番1号 スカイ  
アルミニウム株式会社内



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-105568

(43)Date of publication of application : 10.04.2002

---

(51)Int.Cl. C22C 21/00  
C22C 21/06  
C22F 1/04  
// C22F 1/00

---

(21)Application number : 2000-  
299348

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD  
SKY ALUM CO LTD  
SUMITOMO LIGHT METAL  
IND LTD  
NIPPON LIGHT METAL CO  
LTD  
FURUKAWA ELECTRIC CO  
LTD:THE  
MITSUBISHI ALUM CO LTD

(22)Date of filing : 29.09.2000

(72)Inventor : SUZUKI YOSHIKAZU  
MURAMATSU TOSHIKI  
HASHIMOTO NAGAYOSHI

---

(54) Al-Mn-Mg BASED ALLOY ANNEALED SHEET STRENGTHENED BY FINE CRYSTAL AND ITS PRODUCTION METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an Al-Mn-Mg based annealed sheet having excellent corrosion resistance, containing fine crystal grains in the whole region of the sheet thickness of  $\geq 0.6$  mm, useful as the stock for various uses, thereby having an excellent balance of strength and ductility.

SOLUTION: This Al-Mn-Mg alloy annealed sheet has a composition containing 2.1 to 2.9% Mn and 0.8 to 2.9% Mg, if required, containing 0.05 to 0.5% Cu, in which the content of Fe as impurities is controlled to  $< 0.3\%$ , and Si to  $< 0.3\%$ , and the balance aluminum with inevitable impurities and has a sheet thickness of  $\geq 0.6$  mm, in which the Mn solid solution content is 0.4%, intermetallic compound grains containing Mn with a size of 0.5 to 1  $\mu\text{m}$  by the diameter of the equivalent circle are dispersed by  $1 \times 10^5$  pieces/ $\text{mm}^2$  or more, and the whole of the sheet thickness is composed of a fine crystal structure with the average crystal grain size of  $< 5 \mu\text{m}$ . The annealed sheet is produced by subjecting an alloy having a prescribed chemical composition to continuous casting, homogenizing precipitation treatment, cold rolling and rapid heating annealing under specified conditions.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] 2.1 – 2.9% (it is below the same mass%) of Mn and 0.8 – 2.9% of Mg are included. It is the annealing plate of the aluminum-Mn-Mg system alloy of 0.6mm or more of board thickness which makes Fe of an impurity less than 0.3%, and consists less than 0.3% and Si of remainder aluminum and an unescapable impurity in it. The amount of Mn dissolution at less than 0.4% The intermetallic-compound particle which contains Mn of the magnitude of 0.5–1 micrometer of projected area diameters in a matrix is  $1 \times 10^5$ . An individual / mm<sup>2</sup> It is distributing above. The aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate of the more than strengthened with the fine crystal characterized by the whole board thickness consisting of a fine crystal organization of less than 5 micrometers of diameters of average crystal grain.

[Claim 2] The aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate strengthened with the fine crystal according to claim 1 characterized by including 0.05 – 0.5% of Cu (s) in said aluminum-Mn-Mg system alloy further.

[Claim 3] The aluminium alloy which has claim 1 or chemical composition according to claim 2 After performing homogenization deposit processing on the conditions which carry out continuous casting to tabular with the cooling rate of 150–800 degrees C/second at the time of coagulation and which are held 2–30h at 480–580 degrees C, Apply cold rolling of 80% or more of rolling reduction, consider as 0.6mm or more of board thickness, and it heats to 290–420 degrees C with the programming rate of 5 degrees C/second or more. it is immediately -- it is -- the manufacture approach of the aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate strengthened with the fine crystal characterized by performing annealing cooled after holding by 600 seconds.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] About the aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate with which this invention was strengthened with the fine crystal, and its manufacture approach, the obtained plate is excellent in reinforcement and ductile balance with the less than 5-micrometer diameter of crystal grain, and will become useful as the shaping components for automobiles, and materials, such as an electronic equipment case.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, many aluminum-Mn-Mg alloys represented by 3004 alloys (1.0 – 1.5%Mn-0.8 – 1.3%Mg) have been used from excelling in fabrication nature, corrosion resistance, etc. However, it cannot say that the annealed material (O material) of an aluminum-Mn-Mg alloy has a mechanical strength high enough, but there is a limit of the range used naturally.

[0003] If high intensity-ization is attained more, without spoiling advantages, such as fabrication nature and corrosion resistance, in an aluminum-Mn-Mg alloy, it will become the shaping components for automobiles, and a still more useful ingredient as an electronic equipment case etc. Especially, that whose board thickness is about 0.6–1.5mm is important as a material for these applications. If it is possible to substitute for the alloy of an aluminum-quantity Mg system depending on an application and this becomes possible by improvement in on the strength, the property which was excellent also in respect of the SCC-proof nature which is the weak spot of the alloy of an aluminum-quantity Mg system is expectable.

[0004] In the metallic material of polycrystal, it is just going to be known well for the improvement in on the strength to be possible by grain refining, and it is the description that the strengthening approach by this fine crystal is not accompanied by other strengthening approaches, for example, ductility which is seen by work hardening or precipitation strengthening, the moldability, or corrosion resistance fall. As a manufacturing technology of the aluminum-Mn-Mg system alloy which raised reinforcement by grain refining To JP,2000-80543,A, Mg:0.2–2.0%, Mn:0.3–1.5%, Cu:0.05–0.4% and Ti:0.001–0.1% are contained. The aluminium alloy with which the remainder consists of aluminum and an unescapable impurity is cast in the cooling rate of 180 degrees C/second or more.

The obtained ingot is homogenized in retention temperature [ of 500–580 degrees C ], and holding-time 8 – 24 hours. By cold-rolling this at 90% or more of rolling reduction, and carrying out the last annealing with the cooling rate of 20–200 degrees C/second further for the programming rate of 10–250 degrees C/second, the annealing temperature of 350–450 degrees C, and holding-time 5 to 60 seconds Obtaining the aluminium alloy foil with which the diameter of crystal grain was small with the foil and reinforcement and a moldability were excellent is indicated.

[0005] The distribution density of the insoluble intermetallic compound which it is still more specifically specified that the upper limit of the crystal grain after the last annealing process is 8 micrometers or less substantially, and whose upper limit of last annealing Saki's insoluble metal question compound is 4 micrometers or less substantially, and has a dimension in 0.4–4-micrometer range is 2 35000 pieces/mm. It is specified that it is above. Having rolled out to such thin by JIS for the foil with which the upper limit of thickness is specified as 0.2mm commits this previous patent in favor of grain refining. This is distortion introduced from a rolling front face at the time of cold rolling, and because the effect region of this front face covers an ingredient board thickness all field mostly with a foil or thin plate about 0.5mm or less, although especially a shear strain brings about grain refining near the front face at the time of next annealing.

[0006] On the other hand, it was difficult to obtain an aluminum–Mn–Mg alloy with the property which it was easy to produce the problem which a difference produces in the diameter of crystal grain in the direction of board thickness, realized the uniform fine crystal organization in use of the above conventional techniques, and was excellent in the ingredient of 0.6mm or more of board thickness by that cause.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] As described above, originally, in the aluminum–Mn–Mg alloy which is excellent in corrosion resistance, this invention is board thickness 0.6mm or more useful as the shaping components for automobiles, and a material of various applications, such as an electronic equipment case, has a fine crystal grain in all the fields of board thickness, and makes it a technical technical problem to obtain the annealing plate which was excellent in reinforcement and ductile balance with this fine crystal grain strengthening.

[0008]

[Means for Solving the Problem] By controlling the distribution condition of the sludge which mainly consists of aluminum and Mn especially, also in the aluminum–Mn–Mg alloy of board thickness 0.6mm or more, since the ingredient which is excellent in a header and the balance of reinforcement and ductility by this, and is excellent also in corrosion resistance in it being possible to give a uniform fine crystal organization to the whole board thickness was obtained, this invention person etc. resulted in this invention.

[0009] Namely, the aluminum–Mn–Mg system alloy annealing plate strengthened with the fine crystal according to claim 1 Less than 0.3% and Si are made into less than 0.3% for Fe of an impurity including 2.1 – 2.9% of Mn, and 0.8 – 2.9% of Mg. It

is the annealing plate of the aluminum-Mn-Mg system alloy of 0.6mm or more of board thickness which consists of remainder aluminum and an unescapable impurity. The amount of Mn dissolution at less than 0.4% The intermetallic-compound particle which contains Mn of the magnitude of 0.5–1 micrometer of projected area diameters in a matrix is  $1 \times 10^5$ . An individual / mm<sup>2</sup> It is distributing above and is characterized by the whole board thickness consisting of a fine crystal organization of less than 5 micrometers of diameters of average crystal grain.

[0010] The aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate strengthened with the fine crystal according to claim 2 is characterized by said aluminum-Mn-Mg system alloy containing 0.05 – 0.5% of Cu(s) further in claim 1.

[0011] The manufacture approach of the aluminum-Mn-Mg system alloy annealing plate strengthened with the fine crystal according to claim 3 Continuous casting of the aluminium alloy which has the above-mentioned chemical composition is carried out to tabular with the cooling rate of 150–800 degrees C/second at the time of coagulation. After performing homogenization deposit processing on the conditions held 2–30h at 480–580 degrees C, cold rolling of 80% or more of rolling reduction is applied, and it considers as 0.6mm or more of board thickness, heats to 290–420 degrees C with the programming rate of 5 degrees C/second or more, and is immediately -- it is -- it is characterized by performing annealing cooled after holding by 600 seconds.

[0012]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the contents of this invention are explained to a detail.

<Alloy presentation> The sludge of Mn:Mn is carried out in this invention alloy, and it forms an intermetallic-compound particle, is the main alloying element contributed to uniform grain refining and the improvement in on the strength, and is added 2.1 to 2.9%. The intermetallic-compound particle said here is mainly aluminum<sub>6</sub>Mn. Since the distribution density of an intermetallic-compound particle becomes it small that Mn addition is less than 2.1%, grain refining is not fully carried out, but the homogeneity of the diameter of crystal grain is spoiled, and properties, such as a mechanical strength, cannot fully improve, either. If Mn is added exceeding 2.9%, since formation of the big and rough crystallization object which a healthy tabular ingot is not obtained at the time of casting, or contains Mn will not be suppressed and the grain structure uniform as a result and detailed will not be obtained, it is unsuitable.

[0013] Mg:Mg is prescribed to be added 0.8 to 2.9%. Mg promotes the distorted are recording at the time of strip processing, and formation of a deformation band, and contributes them to formation of the uniform fine crystal organization by discontinuity recrystallization while contributing to solid solution strengthening of an aluminum-Mn-Mg alloy. Then, improvement in a mechanical strength is not enough attained as Mg is less than 0.8%, and the homogeneity of crystal grain becomes inadequate. If Mg is added exceeding 1.9%, since formation of a crack or a big and rough crystallization object is not suppressed at the time of casting and a healthy tabular ingot is not obtained, it is unsuitable. Moreover, although it becomes advantageous in respect of a moldability so that a value is large

generally (tensile strength–proof stress), Mg raises work–hardening ability and improves a value (tensile strength–proof stress). In order to fully use this effectiveness, as for Mg, being added exceeding 1.5% is desirable.

[0014] Cu:Cu is an alloying element contributed to the improvement in on the strength with Mg, and adding 0.05 to 0.5% is described by claim 2. At less than 0.05%, if there is no special effectiveness and it adds 0.5% or more, since it will be easy to produce a big and rough crystallization object and the homogeneity of an organization will be spoiled as a result at the time of casting, it is unsuitable.

[0015] Fe, Si: Although both are the unescapable impurity elements in an aluminium alloy, they need to control to less than 0.3% respectively. Since a big and rough crystallization object will arise and the grain structure uniform as a result and detailed will not be obtained at the time of casting if these contain 0.3% or more, it is unsuitable. It is still more desirable to control Fe and Si by this point to less than 0.15% respectively.

[0016] Other components: Using the detailed–ized agent generally used by casting of an aluminium alloy may not interfere, and it may also contain less than [ Ti0.1% ] and less than [ B0.03% ] as an element for it. The remainder of the above–mentioned chemical entity shall consist of aluminum and other unescapable impurities.

[0017] The <amount of dissolution Mn> The amount of dissolution Mn in the aluminum–Mn–Mg alloy plate of this invention is controlled to less than 0.4%. As for the amount of dissolution Mn being higher than 0.4%, many dissolution Mn will exist also at the time of annealing. Since too much delay of recrystallization takes place, and it becomes non–recrystallized structure by this or big and rough crystal grain is formed partly, it is unsuitable. Moreover, that there are many amounts of dissolution Mn leads also to the amount of the intermetallic compound containing Mn which has effectiveness in grain refining becoming less. Therefore, although the amount of dissolution Mn is controlled to less than 0.4%, 0.2% or less is still more desirable. This amount of dissolution Mn shall be measured with a phenol extract analysis method.

[0018] <Intermetallic–compound particle> In order to make detailed crystal grain of the aluminum–Mn–Mg alloy plate of this invention and to give the outstanding property, control of distribution of the intermetallic compound containing Mn is important. Then, especially this invention person etc. found out that grain refining was attained, when the particle of the range magnitude of 0.5–1.0 micrometers of projected area diameters was distributed densely. This intermetallic compound is sludge aluminum<sub>6</sub> Mn mainly formed at the time of homogenization deposit processing. To both operations to which a perimeter suppresses coarsening efficiently with becoming the formation location (recrystallization nucleus site) of a recrystallization grain, it is effective and, as for the particle of these size ranges, this is considered to be the origin of a fine crystal organization.

[0019] Specifically, the intermetallic–compound particle containing Mn of the magnitude of 0.5–1.0 micrometers of projected area diameters is  $1 \times 10^5$ . An individual / mm<sup>2</sup> Grain refining is not fully attained as to distribute above is required and it is a distributed consistency lower than this. Although the convention of the distributed condition of this intermetallic–compound particle is

made into the thing under organization of an annealed material for convenience, the intermetallic-compound distribution at the time of annealing will be substantially controlled by this. It is appropriate for the distributed consistency of an intermetallic-compound particle to measure using SEM and image-analysis equipment with a scale factor of about 5000 times. In addition, since it is the description of this invention to obtain detailed crystal grain in all board thickness fields as mentioned later, it is necessary to also fill regulation of the distribution condition of this intermetallic compound in the field of all board thickness fields. [0020] Since it becomes the cause that make recovery and recrystallization delayed by the intermetallic-compound particle too much when there are many especially particles of an especially detailed thing, for example, a diameter 0.2 micrometers or less, and become non-recrystallized structure, or big and rough crystal grain is formed locally, it is not desirable. If it controls to fill a convention of particle distribution of the aforementioned 0.5-1.0-micrometer range with the presentation range alloy of this invention, it will be restricted so that a particle 0.2 micrometers or less may serve as an amount which does not do a bad influence substantially naturally. Moreover, if a big and rough intermetallic-compound particle exists, since it is connected with formation and the heterogeneous tissue of local big and rough crystal grain, it is not desirable. Then, it is desirable for a big and rough intermetallic-compound particle 6 micrometers or more not to exist substantially.

[0021] <Crystalline structure> The aluminum-Mn-Mg alloy annealing plate of this invention shall have the fine crystal organization of less than 5 micrometers of diameters of average crystal grain in all board thickness fields 0.6mm or more. Sufficient improvement in on the strength is not attained as the diameter of average crystal grain is 5 micrometers or more. The diameter of average crystal grain is desirable to less than 3.5 micrometers, then a pan. In order to consider as an ingredient with little dispersion in a property, it is important to have a uniform fine crystal organization in all board thickness fields 0.6mm or more. It is required to be specifically less than 5 micrometers of diameters of average crystal grain in a rolling direction cross section on the both sides of the field near the front face (it considers as the part from a front face to board thickness  $1/4$  for convenience) and the field based on board thickness (it considers as the part of  $3/8 - 5/8$  of board thickness for convenience). It is desirable for the difference of the diameter of average crystal grain in both fields to be less than 0.7 micrometers. In order to ask for the exact diameter of average crystal grain, they are the two boundary sections (if it is a field "near the front face", the inside of a field and the part of board thickness  $1/4$  are included including a front face, and it is the inside of a field.) in a field respectively. If it is a "board thickness core" field, it will measure by three or more places which include the inside of a field, and the center section in the field including the inside of a field, and the part of  $5/8$  including three eighths of the parts of board thickness, and let the average be the diameter of average crystal grain of each field.

[0022] It sets to the rolling direction longitudinal section, and the diameter of average crystal grain is SEM-EBSP (Electron BackScatterdiffraction Pattern). Measuring with equipment is appropriate. It is appropriate to ask wholly for a



projected area diameter the thing of the magnitude of four points or more which the SEM scale factor set measure point spacing within 2000 times and 1 visual field of EBSD to 0.3 micrometers, and was surrounded as this measuring method in the grain boundary of an inclination 15 degrees or more as crystal grain from the number of crystal grain of *Perilla frutescens* (L.) Britton var. *crispa* (Thunb.) Decne. and measurement area.

[0023] The <manufacture approach> Below, the production process of the aluminum-Mn-Mg alloy of this invention is explained.

The casting approach: Carry out continuous casting to tabular with the cooling rate of 150–800 degrees C/second at the time of coagulation. It is unsuitable in order to check obtaining a fine crystal organization homogeneous as a result since a big and rough crystallization object is formed here as a cooling rate is less than 150 degrees C/second at the time of coagulation. Moreover, in order to consider as the cooling rate of 800 degrees C/second or more, it is necessary to make casting board thickness thin extremely, or to gather a casting rate, and a cast metal plate healthy as a material for rolling which has the last board thickness 0.6mm or more of the object of the invention in this application is not obtained. As the casting approach, it is appropriate to use a congruence roll axle-pin rake.

[0024] Homogenization deposit processing: Homogenization deposit processing shall be performed on the conditions which are processing required in order to acquire uniform and proper intermetallic-compound particle distribution, and are held 2–30h at 480–580 degrees C. You may carry out, after performing this homogenization deposit processing after casting or applying cold rolling between the heat to 50% of rolling reduction, and between \*\* after casting. Homogenization deposit processing temperature is lower than the convention range, or when time amount is short, since a deposit and growth of a sludge do not fully progress and suitable intermetallic-compound distribution is not acquired, it is unsuitable. Moreover, homogenization deposit processing temperature is higher than this range, or when time amount is long, since too much big and rough-ization of a sludge takes place and suitable intermetallic-compound distribution is not acquired in this case, either, it is unsuitable.

[0025] Hot rolling: It is not an indispensable process although you may hot-roll between homogenization deposit processing and cold rolling.

[0026] Cold rolling: Cold rolling of 80% or more of rolling reduction is applied after homogenization deposit processing, and let an ingredient be end-use board thickness 0.6mm or more. In this cold rolling, it is important for everything but obtaining the target board thickness to aim at equalization of are recording of processing distortion and a processing organization and increase of a recrystallization nucleus site, and it leads to achievement of a final fine crystal organization by these at it. Since a fine crystal organization that less than 80% of rolling reduction of are recording of processing distortion and equalization of an organization is inadequate and uniform is not obtained, it is unsuitable. In addition, although the upper limit of rolling reduction is not defined, in order to obtain the last board thickness made into the purpose, it can be said to be the range which even about 95% even of rolling reduction can use actually.

[0027] annealing: -- with the programming rate of 5 degrees C/second or more,

annealing is heated to 290–420 degrees C, and there is immediately — it is — suppose that annealing cooled after holding by 600 seconds is performed. Although a temperature up is performed by rapid heating 5 degrees C [/second ] or more, this is conditions required in order to make recrystallization cause without delay by making accumulated processing distortion into driving force and to obtain a fine crystal organization. Since it becomes inadequate recovery and recrystallizing temperature lower than the annealing temperature range of regular, it is unsuitable; and since big and rough-ization of crystal grain takes place when conversely high, it is unsuitable. Since there is fear of coarsening, it is unsuitable to make the holding time of annealing into 600 seconds or more. It is desirable to also perform cooling of annealing in a second in 5 degrees C /or more. In addition, although this annealing can be performed by a salt bath furnace etc. on a small scale, it can carry out consecutive processing of the coil, using continuous-annealing Rhine (CAL) as a gestalt suitable for mass production.

[0028] Hereafter, the example of this invention is explained as contrasted with the example of a comparison.

[Example] The alloy of the chemical composition range shown in Table 1 was processed on the production process and conditions shown in Table 2, and 0.7mm of board thickness and a 1.2mm annealing plate were produced. Chemical composition range [ of Table 1 ] (1) – (4) The production process and the conditions A of Table 2 – D Measured value besides a material property is shown in Table 3 about the examples 1–14 of a comparison from which both the aluminum–Mn–Mg alloy annealing plate of the combined examples 1–8 of this invention (example), and chemical composition range, and a production process and conditions separate from these. [ both / either or ] In addition, the amount of dissolution Mn, intermetallic-compound particle distribution, and measurement of the diameter of average crystal grain were performed by the above-mentioned approach.

[0029]

[Table 1]

合金の化学組成 (全てmass%)								
合金	Mn	Mg	Cu	Fe	Si	Ti	Cr	B
(1)	2.51	1.07	Tr.	0.13	0.08	0.01	Tr.	0.001
(2)	2.22	1.92	Tr.	0.10	0.08	0.01	Tr.	0.002
(3)	2.45	2.48	Tr.	0.07	0.08	0.01	Tr.	0.002
(4)	2.60	1.02	0.21	0.11	0.09	0.01	Tr.	0.002
(5)	1.25	1.10	Tr.	0.12	0.08	0.01	Tr.	0.001
(6)	1.72	1.17	Tr.	0.12	0.10	0.01	Tr.	0.001
(7)	3.29	1.90	Tr.	0.13	0.10	0.01	Tr.	0.001
(8)	2.38	0.20	Tr.	0.13	0.09	0.01	Tr.	0.001
(9)	2.38	3.22	Tr.	0.12	0.09	0.01	Tr.	0.001
(10)	2.38	1.85	0.86	0.13	0.09	0.01	Tr.	0.001
(11)	2.37	1.98	Tr.	0.37	0.33	0.01	Tr.	0.001
(12)	1.12	0.97	0.22	0.42	0.22	0.01	Tr.	0.001
(13)	0.70	4.62	Tr.	0.20	0.16	0.01	0.12	0.001

[0030]

[Table 2]

製造工程・条件

工程	
A	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
B	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(520℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度19.5℃/秒、到達温度400℃、保持30秒)
C	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(560℃×5時間)→冷間圧延(83%、板厚1.2mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
D	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→冷間圧延(37%、板厚4.4mm)→均質化析出処理(510℃×5時間)→冷間圧延(84%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
E	DC铸造(冷却速度<5℃/秒、スリット厚70mm)
F	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理無し→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
G	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(450℃×5時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、120秒)
H	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(600℃×35時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
I	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→冷間圧延(67%、板厚2.3mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(70%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度18.0℃/秒、到達温度350℃、保持120秒)
J	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×5時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度16.0℃/秒、到達温度250℃、保持120秒)
K	板連続铸造(双ロール、冷却速度300℃/秒、板厚7mm)→均質化析出処理(550℃×6時間)→冷間圧延(90%、板厚0.7mm)→焼鈍(昇温速度50℃/時間、到達温度470℃、保持2時間)

注: 焼鈍の冷却はファンによる強制空冷。冷却速度10~20℃/秒。

材料特性他

	合金	工程	固溶Mn量 mass%	0.5~1.0 $\mu$ m の 金属間化合 物粒子分布 密度 $\times 10^5$ 個/mm <sup>2</sup>	平均結晶粒径 $\mu$ m		引張強さ MPa	耐力 MPa	伸び MPa	引張強さ- 耐力 MPa
					表面~1/4t	3/8t~5/8t				
発明例	1 (1)	A	0.19	1.4	2.9	3.0	220	134	21	86
	2 (2)	A	0.17	1.2	2.8	2.9	267	164	21	103
	3 (3)	A	0.16	1.4	2.7	2.7	293	180	21	113
	4 (4)	A	0.18	1.4	2.9	2.9	243	145	21	98
	5 (1)	B	0.19	1.2	3.1	3.1	220	132	21	88
	6 (1)	C	0.19	1.5	3.4	3.6	219	130	25	89
	7 (1)	D	0.22	1.2	3.4	3.4	219	130	21	89
	8 (3)	C	0.19	1.4	2.7	2.8	290	179	21	111
比較例	1 (5)	A	0.19	0.2	7.7	9.1	180	86	21	94
	2 (6)	A	0.20	0.5	6.9	8.2	193	101	22	92
	3 (7)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	4 (8)	A	0.20	1.4	3.1	3.7	164	129	26	35
	5 (9)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	6 (10)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	7 (11)	—	板連続鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	8 (1)	E	DC鋳造時に粗大晶出物形成のため後工程を行わなかった							
	9 (1)	F	>1.0	<0.1	未再結晶組織					
	10 (1)	G	0.21	0.3	未再結晶組織					
	11 (1)	H	0.18	0.7	6.5	6.8	208	106	18	102
	12 (1)	I	0.18	1.4	6.4	6.6	209	108	20	101
	13 (1)	J	0.19	1.4	一部未再結晶					
	14 (1)	K	0.19	1.4	5.6	5.8	209	110	17	99

[0032] The diameter of crystal grain of the rolling direction longitudinal section by measurement according [ each example of invention ] to SEM-EBSP is 5 micrometers or less in all board thickness fields, moreover the difference of the diameter of average crystal grain in both the fields based on board thickness near the front face has become very as small as 0.2 micrometers or less, and the uniform fine crystal organization is obtained. While this has 21 - 25% of good elongation, the mechanical strength is improving and it has become reinforcement and the ingredient excellent in ductile balance. The value of (tensile strength-proof stress) is 80 or more MPas altogether in the example of invention, and is over 100MPa in the examples 2, 3, and 8 of the presentation exceeding Mg1.5%. In addition, although not shown in a table, in the example of invention, the big and

rough intermetallic-compound particle 6 micrometers or more all did not exist. [0033] They are examples when Mn addition is low, and since the examples 1 and 2 of a comparison have less intermetallic-compound distribution which is 0.5–1 micrometer than a convention, the diameter of crystal grain does not serve as a less than 5-micrometer detailed organization, but they are large. [ of the difference of the diameter of crystal grain a front face and near a board thickness core ] Thereby, proof stress also serves as a low value.

[0034] Although the example 3 of a comparison is an example for which Mn addition exceeds this invention range, since a big and rough crystallization object dozens of micrometers or more is formed at the time of plate continuous casting, it cannot serve as a uniform organization. The example 4 of a comparison is the case that Mg addition is low, and is low, and the value (tensile strength–proof stress) is low. [ of tensile strength ]

[0035] The examples 5, 6, and 7 of a comparison have many the amount of Mg, amounts of Cu(s), Fe(s), and amounts of Si, and since a big and rough crystallization object dozens of micrometers or more is formed by each at the time of plate continuous casting, they cannot serve as a uniform organization. The example 8 of a comparison is the alloy (1) of this invention presentation. Although it is the case where DC casting is carried out, since this also has the small cooling rate at the time of casting, a big and rough crystallization object dozens of micrometers or more is formed. Therefore, a back process was not performed about the examples 3, 5, 6, 7, and 8 of a comparison.

[0036] In the case of low temperature, they are the non-recrystallized structure by which recrystallization was suppressed since there were many amounts of dissolution Mn and there was less intermetallic-compound distribution which is 0.5–1 micrometer than a convention, serve as O material, and homogenization deposit processing is not performed or they are [ the examples 9 and 10 of a comparison have \*\*\*\* and low elongation, and ] low. [ of (tensile strength–proof stress) ] In addition, if these are further annealed at an elevated temperature, the crystal grain extended to the rolling direction big and rough will arise from a part, and a fine crystal organization will not be obtained anyway. By the case where the example 11 of a comparison performs homogenization deposit processing of long duration at an elevated temperature, the diameter of crystal grain does not become detailed, but the part and proof stress are low.

[0037] By the case where the example 12 of a comparison has the small rolling reduction between the colds, the diameter of crystal grain does not become detailed, but proof stress is low. It is the case where annealing is low temperature, and a part serves as an uneven non-recrystallized organization, and the example 13 of a comparison has low elongation, and is small. [ of (tensile strength–proof stress) ] An elevated temperature does not become by batch annealing with a low programming rate, and the diameter of crystal grain does not become detailed by the case where long duration annealing is carried out, but, as for the example 14 of a comparison, proof stress is low.

[0038]

[Table 4]

従来合金の強度・伸び (板厚1.2mm)				
	合金	引張強さ MPa	耐力 MPa	伸び %
比較例15	(12)3004-O	182	73	20
比較例16	(13)5083-O	307	139	23

[0039] The property of the annealing plate of 3004 alloys (Table 1, alloy (12)) mass-produced by the direct chill casting process as examples 15 and 16 of a comparison and 5083 alloys (Table 1, alloy (13)) is shown in Table 4 for a comparison. It turns out each aluminum-Mn-Mg alloy of the examples 1-8 of this invention of Table 3 not only has the proof stress higher than 3004 alloys usually used in the state of annealed O material, but that it has 5083 alloys and EQC of an aluminum-Mg system which contain Mg 4.5%, and the proof stress exceeding this. it becomes possible from this point to substitute for the alloy of an aluminum-quantity Mg system like 5083 alloys, and in that case, compared with an aluminum-quantity Mg system alloy, SCC-proof nature is markedly alike and is improved.

[0040]

[Table 5]

SCC破断寿命		
	試験応力 MPa	SCC 破断寿命 分
実施例8	120	$3.8 \times 10^3$
	160	$3.5 \times 10^3$
比較例16	120	210
	160	90

[0041] The result of having compared the aluminum-Mn-Mg alloy of the example 8 of invention with 5083 alloys of the example 16 of a comparison by the SCC trial of a current addition \*\*\*\* type is shown in Table 5. In addition, as an accelerated test, this trial cold-rolls O material of 1.2mm thickness 30%, will perform the so-called sensitization processing with heating on 120 degree-Cxthe 7th, and is 4 mA/cm2 in 25-degree C 3.5%NaCl. Adding a current, predetermined tensile stress is applied to the \*\*\*\* type test piece of 6mm of modification \*\*\*\*, and fracture time amount is found. it is clear that the example of this invention is markedly alike, and excellent in SCC-proof nature compared with 5083 alloys of the example of a comparison.

[0042]

[Effect of the Invention] As above, this invention makes it possible to form a less than 5-micrometer fine crystal organization in the whole board thickness of the aluminum-Mn-Mg alloy annealing plate of board thickness 0.6mm or more, by strengthening by this fine crystal, serves as reinforcement and an ingredient excellent in ductile balance, and also expands good corrosion resistance from the first and the application as the shaping components for automobiles which were not able to be used conjointly until now, an electronic equipment case, etc.

---

[Translation done.]